

Rec'd PCT 11 MAR 2005

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP 03/10325

13.08.03

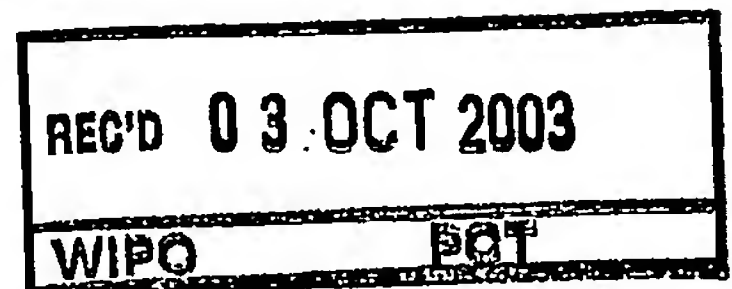
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年 9月11日

出願番号
Application Number: 特願2002-265537
[ST. 10/C]: [JP 2002-265537]

出願人
Applicant(s): 住友チタニウム株式会社

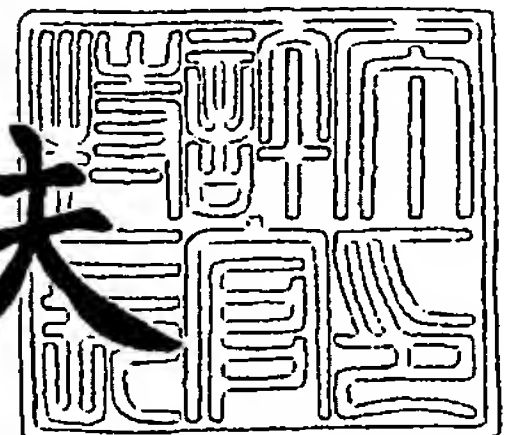


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 9月19日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 AP731D0198

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C22B 34/12

【発明の名称】 直接電解法による金属チタンの製造に用いる酸化チタン多孔質焼結体およびその製造方法

【請求項の数】 3

【発明者】

 【住所又は居所】 兵庫県尼崎市東浜町 1 番地
住友チタニウム株式会社内

 【氏名】 堀 雅彦

【特許出願人】

 【識別番号】 397064944

 【氏名又は名称】 住友チタニウム株式会社

 【代表者】 金澤 清次

【代理人】

 【識別番号】 100103481

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 森 道雄

【選任した代理人】

 【識別番号】 100083585

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 穂上 照忠

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 038667

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

【物件名】	要約書	1
【プルーフの要否】	要	

【書類名】 明細書

【発明の名称】 直接電解法による金属チタンの製造に用いる酸化チタン多孔質焼結体およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

気孔率が20～65%、硬さが60 (HV)以上であることを特徴とする直接電解法による金属チタン製造用の酸化チタン多孔質焼結体。

【請求項 2】

二酸化チタン粉末に亜酸化チタン粉末を質量%で0.1～40%配合し混練して所要形状に成形し、900～1400℃にて0.5～10時間焼成することを特徴とする請求項 1 に記載の酸化チタン多孔質焼結体の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の酸化チタン多孔質焼結体を用い、導電体に近接して配置するかまたは導電体の周囲に密着配置して陰極を構成させ、40質量%以上の塩化カルシウムを含有する800～1050℃の熔融塩電解液中に浸漬し、通電して還元することを特徴とする金属チタンの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明が属する技術分野】

本発明は、酸化物形態のチタン原材料を熔融塩中で電解還元して金属とする、金属チタンの製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

金属チタンは、耐食性、意匠性などにすぐれ、適度の弾性を有し、かつ同じ質量にて得られる強度、すなわち比強度が高い材料として航空機材料、屋根材、ゴルフのヘッド、熱交換器用材料、化学プラントなど広く使用されている。近年では、人体に対して毒性のない金属として医療関係の機器類への使用など、用途は拡大される一方である。しかしながら、金属チタンの製造は製錬に多工程を要し、金属として高価であるため、生産性の高い、より安価な工業的製造方法が望ま

れている。

【0003】

通常の金属チタンの製造方法は、原料である酸化チタン（主として TiO_2 ）を塩素化して四塩化チタンとし、これを蒸留精製した後、 Mg と反応させて還元しスポンジ状の金属 Ti とする。還元には Na を用いる方法もあり、 Mg を用いる方法はクロール法、 Na を用いる方法はハンター法と呼ばれている。この四塩化チタンの還元反応は発熱反応であり、急激に進行させるのは危険であることから、十分制御して反応させるために長時間を要し、しかもバッチ方式なので生産性が大きく制限される。その上、還元により生じた $MgCl_2$ は、熔融塩電解法により Mg と Cl_2 に分離し再利用するが、金属チタン製錬にて使用する電力の約 $2/3$ がこの熔融塩電解で消費される。したがって、反応時間を短くし、かつ電力を有効利用することにより製造コストを低下し得る方法が求められている。

【0004】

最近、金属酸化物を塩化物熔融塩中で通電還元し金属とする直接電解法が提案され、チタンに適用できれば直接電解が可能になり、製造方法が大幅に合理化されるとして注目されている。これは【特許文献1】にて開示された方法で、たとえば酸素を含む金属チタンを陰極として熔融塩中で通電すると、電解質である熔融塩中の金属イオンが陰極のチタンの表面に析出するよりも、チタン中の酸素が電解質中に移動する反応の方が優先的に進行するという現象を利用する。この場合、金属チタンなどのような導体中に含まれる酸素ばかりでなく、チタン酸化物でも陰極に接しておれば、同様に酸素を除去でき、金属にすることができるとしている。

【0005】

この熔融塩電解法は、導体であるチタン中に存在する酸素に対しては、効果的に除去できる。しかしながら、酸化チタンを還元し金属チタンとするのは容易ではなく、様々な問題を解決する必要がある。

【0006】

【特許文献1】

W099/64638号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、電解質を熔融塩とする電解により酸化チタンを還元して金属チタンとする方法において、チタンの生成効率を高くできる原料焼結体と、その焼結体による効率のよい金属チタンの製造方法とを提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、酸化チタン (TiO_2) を原料とし、 CaCl_2 や MgCl_2 などの熔融塩中で電気分解することにより直接金属チタンを得る方法について、種々検討をおこなった。とくに酸化チタンを導体陰極とするか、あるいは陰極に接触させ還元することを種々試みたが、金属チタンを得ることができるものの Ti の生成効率がきわめて悪く、このままでは到底工業生産には適用できないことがわかってきた。

【0009】

酸化チタンは、熔融塩を電解質として用いる高温では、かなり良好な電気伝導度を有する。このため当初、上述の直接電解還元方法においては、陰極の酸化チタン、または導体の陰極に接した酸化チタンに電流が流れることにより、その中に含まれる酸素が、陰極表面においてイオン化して離脱し金属チタンが形成される、という機構にて還元がおこなわれると推測していた。

【0010】

しかしながら、このような機構であるとして生じている還元反応現象を解釈しようとしても、必ずしもその現象を十分に説明できず、さらにその機構に基づいて生成効率向上のための方法や条件を改良しようとしても、その効果が現れないことが多かった。

【0011】

たとえば、上述の酸素がイオン化して還元反応が進むとすれば、電流を増すほど金属チタンの生成量は増すはずである。ところが、電流を増しても、チタンの生成量はそれに比例しては増加せず、その上、酸化チタンは高温で電気伝導度が増す性質はあっても、金属と同様には電流が流れず、電流を十分大きくすること

には限界がある。また、同じ電流に対するチタンの生成効率を見ると、電解開始直後は良好であるが、時間経過と共に大きく劣化してくる。

【0012】

このような検討過程の中で、焼結が不完全で多孔質状態にある酸化チタンを原材料、あるいは原材料としての電極に用いたとき、チタンの生成効率が大きく向上する現象が見出された。さらに、この多孔質体には必ずしも電流が流れる必要はなく、陰極に用いた導体にできるだけ近い位置にあれば、確実に接していなくても金属チタンが生じていることもわかってきた。

【0013】

このことは、酸化チタンの還元反応には通電による酸素のイオン化もあるが、電解液に用いた CaCl_2 などが通電により電解され、生じた Ca が酸化チタンを還元し、その結果として金属チタンが生じることもあるのではないかと推測された。 Ca はきわめて活性な金属であり、通電によって生じても電解液中の酸素や乖離した塩素、あるいは雰囲気中の酸素や窒素などと反応し、他の化合物になって消滅してしまう。しかし、陰極そのものか、あるいは陰極のすぐ近くに酸化チタンがあれば、消滅する前にこれを還元し、金属チタンを生じさせると推定される。

【0014】

種々検討をおこなった金属チタン生成の実験結果を、この電解で生じた Ca による還元反応も生じているという立場で考えると、合理的に説明できるものが多い。上述の原材料を多孔質体にすればチタンの生成効率が大きく向上することも、多孔質体にすることにより同じ質量に対する表面積が増加し、電解で生じ溶融塩中に分散しようとする Ca に接する面積が増すためと考えられる。

【0015】

このように、電解法に用いる原材料として多孔質焼結体を用いれば、金属チタンの生成がより多くなることがわかった。しかし、十分酸素量の低い金属チタンにするために電解を続けていくと、多孔質焼結体が崩壊してしまい、それ以上の還元をおこなうことができなくなる。これは酸化チタンの多孔質の焼結体は、焼成温度が低ければ容易に得られるので焼結不完全の状態にあり、これが崩壊の原

因になっていると考えられた。しかし、十分な焼成後においても比較的気孔率の大きい状態の得られるスリップキャスト法による焼結体でも、電解途中での崩壊には対処できなかった。

【0016】

そこで、電解用原材料が多孔質状態にあって、十分な還元をおこなわせてもその形状が崩壊することのない焼結体の製造条件について種々検討をおこなった結果、 TiO 、 Ti_2O_3 あるいは Ti_3O_5 など亜酸化 Ti を少量添加すればよいことが見出された。これは、亜酸化チタンを酸化チタン粉末の原料に添加することにより、加熱前の成型品の密度が高くなっても粒子間の接点における焼結が促進され、多孔質のままで十分焼結した状態となったためと思われる。

【0017】

この多孔質焼結体は、陰極となる電気良導体にできるだけ近接した状態で電解をおこなえば、必ずしも陰極導体に接触して電流が流れる必要はなく、還元反応が進行する。しかし電気良導体を芯にしてその周囲に多孔質焼結体が密着した状態の一体化した電極とし、これを陰極にして電解を実施すれば、よりチタン生成率を向上させることができる。

【0018】

以上のような知見に基づき、さらに、それぞれの限界条件を確認して本発明を完成させた。本発明の要旨は次の通りである。

【0019】

(1) 気孔率が20～65%、硬さが60 (HV) 以上であることを特徴とする直接電解法による金属チタン製造用の酸化チタン多孔質焼結体。

【0020】

(2) 二酸化チタン粉末に、亜酸化チタン粉末を質量%で0.1～40%配合し、混合してして所要形状に成形し、900～1400℃にて0.5～10時間焼成することを特徴とする上記(1)の酸化チタン多孔質焼結体の製造方法。

【0021】

(3) 上記(1)の酸化チタン多孔質焼結体を用い、40質量%以上の塩化カルシウムを含有する800～1050℃の熔融塩電解液中に浸漬し、通電してこれを還元する

ことを特徴とする金属チタンの製造方法。

【 0 0 2 2 】

【発明の実施の形態】

本発明の酸化チタンを焼結した多孔質体は、一例として図 1 に模式的に示すような熔融塩を電解液とする電解槽にて、陰極近傍に置くかまたは一体化した陰極として還元し金属チタンとする。図 1 において、加熱でき熔融塩に対する耐食性を有する容器 1 の中に保持された熔融塩浴 2 に、陽極 3 と陰極 4 とを浸漬し、電源 5 から直流を供給して電解をおこなう。

【 0 0 2 3 】

この場合、陰極の構造は、たとえば図 2 に模式的に示すように、(A) 金属製導体 6 の周辺に液状の熔融塩が流通できる網籠 7 を置き、この籠 7 の中に酸化チタン多孔質焼結体の小塊 8 を導体 6 に近接しておいた電極とするか、(B) 金属製導体 6 を芯にして、その周囲に酸化チタン多孔質焼結体の素材料を密着させた電極とする。電極としての形状は棒状あるいは板状など何でもよい。

【 0 0 2 4 】

この還元されて金属チタンとなる酸化チタン多孔質焼結体は、気孔率が 20～65 %、硬さ 60HV 以上の多孔質体であることとする。多孔質体の気孔率を 20 % 以上とするのは、20 % を下回る場合、Ti の生成効率が大きく低下するため、各気孔が空間的に孤立して外部に対し閉塞されたものが多くなり、熔融した電解液との接触面積が相対的に低下することによると思われる。一方、気孔率が 65 % を超えると還元途中で素材料の形状が崩壊し始め、十分な還元ができなくなるばかりでなく、金属チタンの回収が困難になる。

【 0 0 2 5 】

多孔質焼結体の硬さを 60HV 以上とするのは、60HV を下回る場合、焼結が不十分で、電解還元中に素材料の形状が崩壊するおそれがあるからである。なお、目的とする気孔率の多孔質体になっておれば、硬さの上限はとくには規制しない。

【 0 0 2 6 】

多孔質焼結体の原料は、ルチルやアナターゼなどの二酸化チタン粉末で、その粒径は 0.1～300 μm の範囲が望ましい。これに同じ粒径範囲の亜酸化チタンを 0.1

～40質量%添加して混合し、所要形状に成形する。

【0027】

原料のルチルやアナターゼに含まれる不純物は、還元時に排除されるものもあるが、そのまま金属チタンに取り込まれることも多いので、できるだけ不純物の少ないものを用いるのが好ましい。これら原料粉末の粒径が $0.1\mu\text{m}$ から $300\mu\text{m}$ の範囲とするのが好ましいのは、この範囲より粒径が小さいものや大きいものが多く含まれると、混合した粉体を成形したとき、成形後の形状維持が困難になることがあり、また、焼成後の焼結体の強度が不足して電解中に崩壊を起こしやすくなったり、目的とする気孔率のものが得られなくなったりするからである。

【0028】

亜酸化チタンは、少量含有させることにより、焼成温度が低くても焼結が進行し、気孔率の高い焼結体を得ることができる。亜酸化チタンの添加量は、少ないと焼結を促進させる効果が不十分なので0.1%以上とするが、望ましいのは0.5%以上の添加である。亜酸化チタンの添加は多くても焼結体になった後は還元されチタンとなるため、とくにその量を限定する必要はないが、多すぎると目標の気孔率の素材料が得られなくなるので40%以下とする。

【0029】

亜酸化チタンは TiO_2 に対し酸素の不足した酸化チタンで、いずれの組成のものであってもよいが、たとえば TiO が50%以上で、他に Ti_2O_3 あるいは Ti_3O_5 などが混合しているものなどが好ましい。

【0030】

多孔質焼結体の形状は、とくに限定するものではない。たとえば図2に示した(A)のような籠7を使って小塊状の多孔質焼結体8を保持する構造の電極とする場合、小さすぎると籠の目からこぼれ落ちたりして取り扱いが困難であり、大きすぎると還元に長時間要し生成率が低下するので、その最大径が2～30mm程度の粒とするのがよい。粒の形状は球状、円柱状、直方体状等、どんなものでもよい。

【0031】

この粒状多孔質焼結体とする場合、焼結前の成形体の形状は、上述の粒状であ

ってもよいが、より大きな板、棒、円柱、直方体などの塊状として焼成をおこない、焼結後、上述の大きさの粒に破碎してもよい。

【0032】

ルチル、アナターゼ、亜酸化チタンなどの原料粉末は、十分に混合し所要形状に10～150MPa程度の圧力で加圧して成形する。この場合の粉末成形の加圧力は、10MPa未満では、型から取りだした後の形状の維持が困難であり、150MPa以上に加圧してもそれ以上の成型品強度は得られないようである。焼結前の素材の成型方法は、このように加圧しておこなってもよいが、形状によってはスリップキャストの手法により、気孔率を高くできるように成形してもよい。

【0033】

成形した後、要すれば十分に乾燥し、900～1400℃にて0.5～10時間の焼成をおこなう。焼成の温度が900℃未満、または加熱時間が0.5時間未満の場合は十分な焼結強度が得られず、温度が1400℃を超えたり、加熱時間が10時間を超えるようになると、気孔率が不十分になる。

【0034】

図2に示した(A)の導体6はチタン、ステンレス鋼、鉄等、良電導体であれば何でもよく、籠7はとくには電導性は要しないので、ステンレス鋼製や耐食性のすぐれたセラミックス製などを用いればよい。多孔質焼結体と電導体の距離は離れると還元反応が起きにくくなるので、籠7内面は導体6の表面から50mm以内とするのが好ましい。

【0035】

また、図2(B)のように金属製導体の周囲に素材料を密着させる電極の場合、金属導体の形状あるいは電極の形状は、棒や板などとくに限定するものではないが、導体から直接熔融塩電解液に接する多孔質素材料表面までの距離は、30mm以下とするのが望ましい。これは電気伝導度がよいとはいえ30mmを超えると、電流密度を大きくすることが困難になるからである。

【0036】

このような一体化した構造の電極を用いる場合、たとえば金属製導体と多孔質焼結体とを機械的に密着させてもよいが、金属製導体と共に素材料の原料粉末混

鍊体を電極形状に成形し、同時焼成をおこなって一体化するとよい。この場合も、導体の金属はステンレス鋼や鉄などを用いてもよいが、不純物混入の点から金属チタンを用いるとよい。

【 0 0 3 7 】

以上のようにして酸化チタン多孔質焼結体から構成させた陰極により、電解還元して金属チタンとする製造方法は、図 1 に例示した電解槽を用いるとすれば、次のようになる。

【 0 0 3 8 】

まず、電解液 2 に用いる溶融塩は、電解還元工程が容易に推進されるため、①還元終了後、塩またはその金属イオンの酸化物が付着あるいは多孔質体内に入り込んでいても、水または弱酸で容易に洗い流せること、②電解液そのものが電気分解されることによって生じる金属が、酸化チタンを還元できるものであること、③ ②で生じた金属の融点以上かつ Ti の融点以下で溶融状態になること、という条件を満足しているものであれば、とくには限定しない。

【 0 0 3 9 】

これらの条件を満たす溶融塩としては、 $CaCl_2$ 単独でもよく、または $CaCl_2$ を主成分すなわち 40 質量%以上とし、他に $MgCl_2$ 、 $BaCl_2$ 、 $NaCl$ 、 CaF 、 MgF などを、融点の低下や粘性等の調整を目的に含有させたものを用いてもよい。 $CaCl_2$ が 40 質量%を下回ると還元後に多孔質焼結体に着した溶融塩や酸化物が排除され難くなるおそれがある。

【 0 0 4 0 】

陽極 3 としては、導電体であればとくには限定しないが、黒鉛、ステンレス鋼、鉄などを用いればよい。電解中の溶融塩の温度は $800 \sim 1050^{\circ}C$ が好ましい。 $800^{\circ}C$ を下回る場合、溶融塩の流動性が悪くなったりして、電解の進行を妨げる。電解で生じると推測される Ca の融点が $843^{\circ}C$ なので、温度の低すぎは Ca の関わる還元反応の進行には好ましくない。また $1050^{\circ}C$ を超える温度になると、加熱エネルギーを無駄に消費することになるばかりでなく溶融塩の蒸発が甚だしくなり、さらに還元されたチタンの酸化が進むことがあるので避けるべきである。なお、生じた Ca の無駄な消耗を避けるため、電解中の容器内の雰囲気は不活性ガス

とするのが好ましい。

【0 0 4 1】

【実施例】

〔実施例 1〕

粉末の粒度範囲の異なるルチル型（99%以上）、アナターゼ型（99%以上）または純度のやや悪いルチル型（95%以上）の二酸化チタンを原料に用い、亜酸化チタンは市販の TiO とし、これらを混練後、金型にて直径25mm、高さ10mmの円板を加圧し成形した。成形後の円板を保持温度および保持時間を変えて大気中で焼成し、焼成後の気孔率および硬さを測定した。

【0 0 4 2】

焼結体の各製造条件および焼成後の気孔率と硬さの測定結果を表 1 に示す。この結果から明らかなように、粒度範囲、亜酸化チタン量、焼成温度および時間を調整することにより、目的とする範囲の気孔率および硬さを有する多孔質焼結体を得られることがわかる。

【0 0 4 3】

【表 1】

表 1

試験番号	原料	粒径範囲 (μm)	TiO 添加量 (%)	成形 加圧 (MPa)	焼成条件		気孔率 (容積%)	硬さ (HV)	備考
					温度 ($^{\circ}\text{C}$)	時間 (hr)			
A01	ル	0.2~0.9	* 0	15	900	11	45	* 55	比較例
A02	チ	"	0.5	20	900	1	45	62	本発明例
A03	ル	"	1.0	80	1000	3	35	100	"
A04		"	1.0	20	1100	4	25	150	"
A05		"	* 0	120	1200	6	* 5	320	比較例
A06		"	* 0	20	1300	5	* 2	850	"
A07		"	* 0	20	1400	5	* 1	1050	"
A08	ア	0.1~0.5	0.5	20	900	4	65	70	本発明例
A09	ナ	"	0.5	20	900	1	55	80	"
A10	タ	"	1.0	20	1000	3	50	120	"
A11	ー	"	1.0	20	1100	4	45	150	"
A12	ゼ	"	1.0	100	1200	6	40	130	"
A13		"	2.0	10	1300	5	40	120	"
A14		"	5.0	20	1400	5	35	130	"
A15	95	150~250	* 0	20	900	1	40	* 54	比較例
A16	%	"	0.5	50	900	1	42	75	本発明例
A17	ル	"	1.0	20	1000	3	35	120	"
A18	チ	"	1.0	20	1100	4	33	200	"
A19	ル	"	1.0	80	1200	6	34	250	"

* 印は本発明にて定める範囲外であることを示す。

【0044】

〔実施例 2〕

表 1 に示した原料粉末および焼成条件にて、幅10mm、長さ20mm、高さ10mmの直方体を金型を用いて加圧成形し、その際、長さ方向の中心位置に直径2mm長さ30mmのチタン棒を、深さ15mmまで挿入して通電用の導体とし、一体焼成をおこない、焼結体素材料を作製した。

【0045】

溶融塩には CaCl_2 、または CaCl_2 に NaCl 、 MgCl_2 、または CaF_2 などを加えたものを用い、黒鉛電極を陽極とし、導体のチタン棒を支持お

よび通電用端子に利用して上記直方体形状の素材料の下半分の、縦横各10mm、高さ10mmの部分を加熱した熔融塩に浸漬し、電解をおこなった。

【 0 0 4 6 】

表 2 に素材料の気孔率と硬さ、そして電解浴組成、浴の温度、電流密度、通電時間、電極の状況、生成チタン効率等を併せて示す。チタンの生成効率については、用いた電流および時間から、ファラデーの法則により TiO_2 が Ti になるとして計算した Ti 量に対する実際に得られた生成量の比として示した。素材料の焼結条件は表 1 に示した同じ試験番号のものと同じである。

【 0 0 4 7 】

【表 2】

表 2

試験番号	焼結素材料			熔融塩浴組成 (質量%)				電解条件			※電極状況	チタン生成効率 (%)	備考
	焼結条件	気孔率 (容積%)	硬さ Hv	CaCl ₂	NaCl	MgCl ₂	CaF ₂	浴温 (°C)	電流密度 (A/cm ²)	時間 (hr)			
B01	A01	45	* 55	100	0	0	0	850	0.50	5.0	×	5	比較例
B02	A01	45	* 55	50	20	20	0	900	0.80	11.0	×	1	"
B03	A02	45	62	100	0	0	0	850	0.50	1.5	○	85	本発明例
B04	A02	45	62	50	20	20	0	850	0.50	1.5	○	85	"
B05	A02	45	62	40	30	30	10	850	0.50	1.5	○	85	"
B06	A03	35	100	100	0	0	0	850	0.50	1.5	○	80	"
B07	A04	20	150	100	0	0	0	850	0.20	5.0	○	75	"
B08	A05	* 5	320	100	0	0	0	850	0.10	11.0	○	5	比較例
B09	A06	* 2	850	100	0	0	0	850	1.00	0.8	○	7	"
B10	A07	* 1	1050	100	0	0	0	850	0.20	5.0	○	2	"
B11	A08	65	* 55	50	0	0	0	850	0.50	10.0	×	5	"
B12	A08	65	* 55	40	20	20	0	980	0.50	10.0	×	7	"
B13	A08	65	* 55	100	30	30	10	700	0.50	10.0	×	2	"
B14	A09	55	80	100	0	0	0	850	0.80	1.0	○	75	本発明例
B15	A10	50	120	100	0	0	0	850	0.50	1.5	○	85	"
B16	A11	45	150	100	0	0	0	850	1.50	0.5	○	70	"
B17	A12	40	130	100	0	0	0	850	0.40	1.8	○	70	"
B18	A15	40	* 54	100	0	0	0	850	0.50	1.5	×	5	比較例
B19	A16	42	75	100	0	0	0	850	0.50	1.5	○	75	本発明例
B20	A19	34	250	100	0	0	0	850	0.50	1.5	○	70	"

* 印は本発明にて定める範囲外であることを示す。
※ 電極状況評価 ○: 原形状維持 ×: 崩壊発生

【0048】

この結果から明らかなように、気孔率が本発明の定める範囲にあるとき、金属チタンの生成効率は20%以上になるが、気孔率が低いときは、電流密度が低く生成効率がよくない。また焼成後の硬さは、焼結が十分おこなわれたかどうかを示す指標になるものであるが、低い場合、空隙率が本発明範囲であっても、電極崩壊を生じ金属チタンが十分得られていない。

【0049】

【発明の効果】

本発明によれば、電解質を熔融塩とし電解質を熔融塩とする電解により酸化チタンを還元して金属チタンとする方法において、効率よく金属チタンを得ることができる。この熔融塩を用いる電解方法は、酸化チタンから直接金属チタンを得ることのできる、従来より低コストにて金属チタンを得る可能性のある方法として注目されているが、本発明を適用することにより、その実現を大きく推進させることができる。

【図面の簡単な説明】**【図 1】**

熔融塩電解法による金属チタンの製造装置を模式的に示した図である。

【図 2】

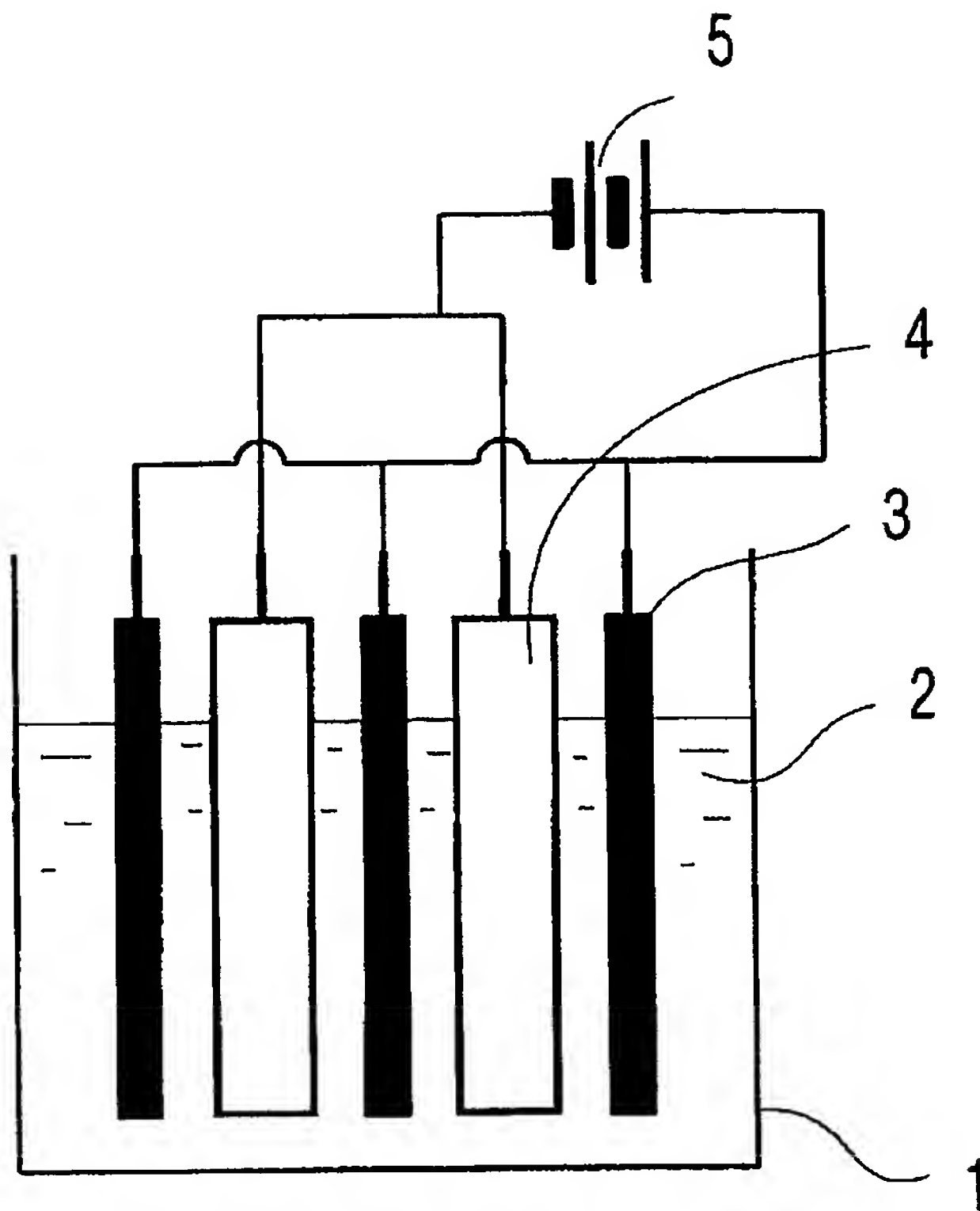
素材料により構成された陰極の構造を説明する図である。

【符号の説明】

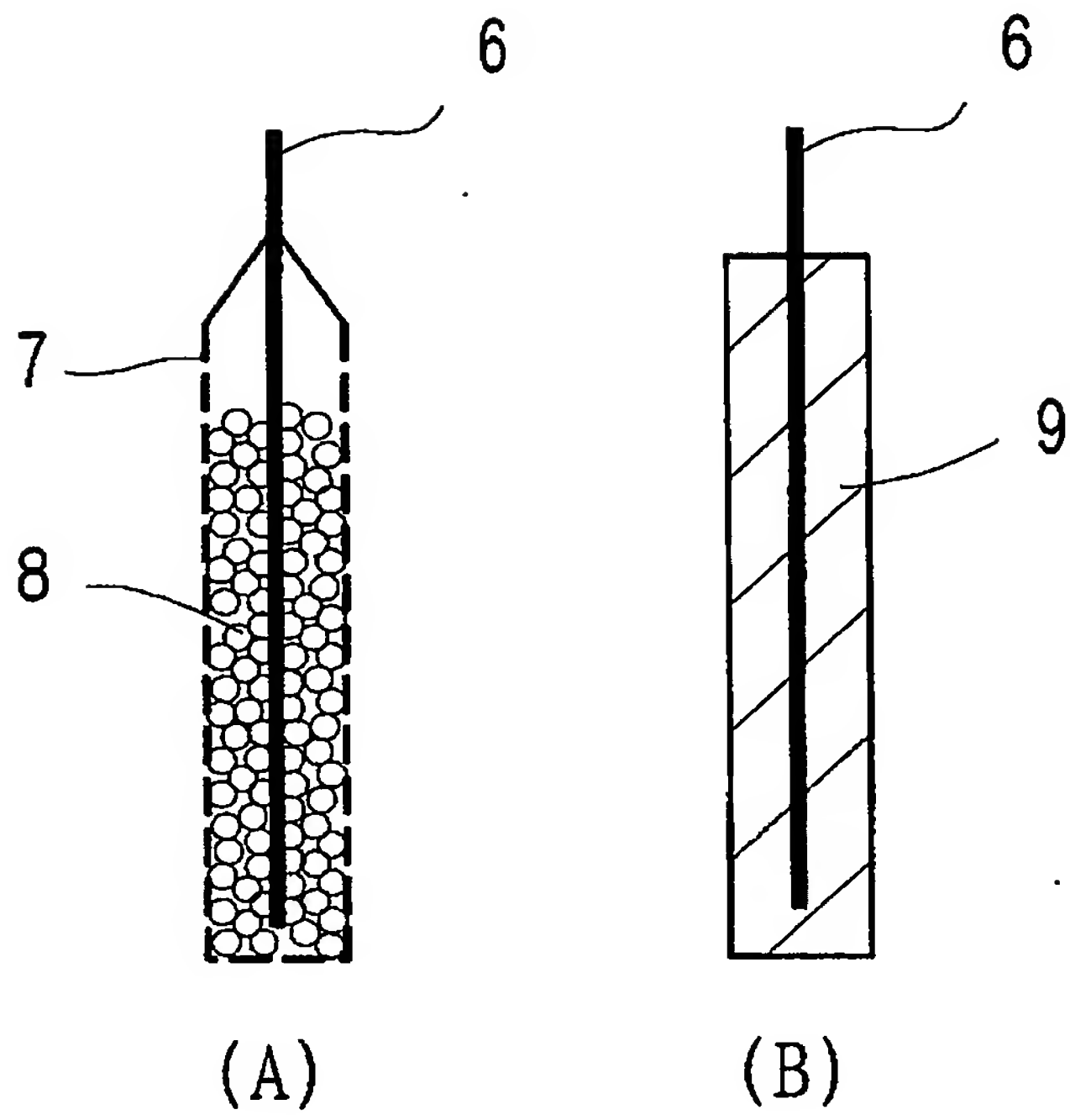
- 1、 熔融塩浴の容器
- 2、 熔融塩
- 3、 陽極
- 4、 陰極
- 5、 電源
- 6、 導電体
- 7、 素材料小塊保持のための籠
- 8、 多孔質焼結体の小塊
- 9、 多孔質焼結体

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書**【要約】**

【課題】 電解により直接還元して金属チタンとする方法の原材料に用いる、チタンの生成効率を高くできる酸化チタン多孔質焼結体と、それによる製造方法の提供。

【解決手段】 気孔率が20～65%、硬さが60HV以上である酸化チタンの多孔質焼結体の原材料、および原料の酸化チタン粉末に亜酸化チタン粉末を質量%で0.1～40%配合して所要形状に成形し、900～1400℃にて焼結をおこなうこの多孔質焼結体の製造方法と、この素材料を導電体に近接して配置するか導電体の周囲に密着配置して陰極を構成し、塩化カルシウムを含有する800～1050℃の熔融塩電解液中に浸漬して通電し、これを還元する金属チタンの製造方法。

【選択図】 なし。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 2 6 5 5 3 7
受付番号	5 0 2 0 1 3 6 0 8 8 3
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 4 年 9 月 1 2 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成14年 9月11日

次頁無

特願 2 0 0 2 - 2 6 5 5 3 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[3 9 7 0 6 4 9 4 4]

1. 変更年月日

2 0 0 2 年 1 月 1 8 日

[変更理由]

名称変更

住 所

兵庫県尼崎市東浜町 1 番地

氏 名

住友チタニウム株式会社